

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-115571

(43)Date of publication of application : 16.05.1991

(51)Int.Cl. C23C 16/26
C04B 41/87

(21)Application number : 01-253299 (71)Applicant : TOSHIBA TUNGALOY CO LTD

(22)Date of filing : 28.09.1989 (72)Inventor : SAIJO KOSUKE
TANIGUCHI YASURO

**(54) DIAMOND-COATED SINTERED ALLOY EXCELLENT IN ADHESIVE STRENGTH AND ITS
PRODUCTION**

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce a diamond-coated sintered alloy excellent in adhesive strength by regulating the amount of binding phase in the surface layer, at a specific depth, of a sintered alloy so that it is smaller than the amount of binding phase in the inner part at the time of forming a diamond film on the surface of a base material composed of sintered alloy consisting of hard phase and binding phase.

CONSTITUTION: A base material of sintered alloy which consists of a hard phase consisting of at least one kind among the carbides, nitrides, carbon oxides, and nitrogen oxides of the group VIa, Va, and VIa metals of the periodic table and mutual solid solutions thereof and a binding phase composed essentially of Ni and/or Co is prepared, and a film of diamond and/or diamond-like carbon is formed on the surface of the above base material. At this time, the average quantity of the binding phase in the surface layer at a depth of at least 1 from the surface of the sintered-alloy base material toward the inner part is regulated so that it is smaller (by $\leq 2\text{wt.}\%$) than the average quantity of the binding phase in the inner part of the sintered-alloy base material by means of heat treatment in the course of or after sintering. By this method, the diamond-coated sintered-alloy excellent in adhesive strength between the base material and the film can be obtained.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑪公開特許公報 (A) 平3-115571

⑫Int.Cl.³C 23 C 16/26
C 04 B 41/87

識別記号

府内整理番号

H

8722-4K
7412-4G

⑬公開 平成3年(1991)5月16日

審査請求 未請求 請求項の数 8 (全9頁)

⑭発明の名称 付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼結合金及びその製造方法

⑮特 願 平1-253299

⑯出 願 平1(1989)9月28日

⑰発明者 西条 浩介 神奈川県川崎市幸区塚越1丁目7番地 東芝タンガロイ株式会社内

⑰発明者 谷口 泰朗 神奈川県川崎市幸区塚越1丁目7番地 東芝タンガロイ株式会社内

⑰出願人 東芝タンガロイ株式会社 神奈川県川崎市幸区塚越1丁目7番地

明細書

1. 発明の名称

付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼結合金及びその製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 周期律表4a, 5a, 6a族金属の炭化物、窒化物、炭酸化物及びこれらの相互固溶体の中の少なくとも1種の硬質相と、Ni及び/又はCoを主成分とする結合相とからなる焼結合金の基材の表面にダイヤモンド及び/又はダイヤモンド状カーボンの被膜を形成してなるダイヤモンド被覆焼結合金において、該焼結合金の表面から該焼結合金の内部に向って少なくとも1μmの表面層における該結合相の平均量が該焼結合金の内部における該結合相の平均量よりも減少していることを特徴とする付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼結合金。

(2) 上記焼結合金の表面は、上記結合相が2wt%以下でなることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の付着性にすぐれたダイヤモンド被覆

焼結合金。

(3) 上記表面層における上記結合相は、上記焼結合金の表面で最小となり、該焼結合金の内部に向って漸増し、内部の結合相の平均量に達していることを特徴とする特許請求の範囲第1項又は第2項記載の付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼結合金。

(4) 周期律表4a, 5a, 6a族金属の炭化物、窒化物、炭酸化物及びこれらの相互固溶体の中の少なくとも1種の硬質相と、Ni及び/又はCoを主成分とする結合相とからなる焼結合金の基材の表面にダイヤモンド及び/又はダイヤモンド状カーボンの被膜を形成してなるダイヤモンド被覆焼結合金において、該基材と該被膜との間に中間層を介在させ、かつ該焼結合金の表面から該焼結合金の内部に向って少なくとも1μmの表面層における該結合相の平均量が該焼結合金の内部における該結合相の平均量よりも減少していることを特徴とする付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼結合金。

(5) 上記中間層は、厚さが0.1～10μmのタンクステン及び／又は炭化タンクステンでなることを特徴とする特許請求の範囲第4項記載の付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼合金。

(6) 上記焼合金の表面は、上記結合相が2wt%以下でなることを特徴とする特許請求の範囲第4項又は第5項記載の付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼合金。

(7) 上記表面層における上記結合相は、上記焼合金の表面で最小となり、該焼合金の内部に向って漸増し、内部の結合相の平均量に達していることを特徴とする特許請求の範囲第4項、第5項又は第6項記載の付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼合金。

(8) 周期律表4a、5a、6a族金属の炭化物、窒化物、炭酸化物、窒酸化物及びこれらの相互固溶体の中の少なくとも1種の硬質相と、Ni及び／又はCoを主成分とする結合相とからなる焼合金の基材の表面にダイヤモンド及び／又はダイヤモンド状カーボンの被膜を形成させるダイヤモンド被覆

たダイヤモンド被覆焼合金及びその製造方法に関するものである。

(従来の技術)

従来から金剛、超硬合金又はサーメットなどの焼合金でなる基材の表面にダイヤモンド及び／又はダイヤモンド状カーボンの被膜を形成してなるダイヤモンド被覆焼合金の実用化への検討が行われている。

このダイヤモンド被覆焼合金は、ダイヤモンドが他の物質との密着性に劣ることから、ダイヤモンド及び／又はダイヤモンド状カーボンの被膜を基材の表面に、いかにすれば密着性及び付着性を高めた状態に被覆することができるかという問題が最大の課題となっている。特に、旋削工具、フライス工具、ドリル、エンドミルなどの切削工具材料の場合は、最も苛酷な条件で用いられるために被膜と基材との密着性や付着性が一層重要な問題となる。

ダイヤモンドの被膜と基材との密着性を高めて、切削工具材料として用いることが可能なダイ

焼合金の製造方法において、該焼合金は、焼結後又は焼結の過程中に該結合相の固液共存温度域内の温度で該焼合金の表面部を模様処理して、該焼合金の表面から該焼合金の内部に向って少なくとも1μmの表面層における該結合相の平均量が該焼合金の内部における該結合相の平均量よりも減少させることを特徴とする付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼合金の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、超硬合金やサーメットで代表される焼合金の表面層を改質してなる基材の表面にダイヤモンド及び／又はダイヤモンド状カーボンの被膜を形成させてなる付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼合金及びその製造方法に因し、具体的には、例えば切削工具材料、耐摩耗工具材料又は装飾用材料などを主体に、電気産業、電子産業、精密機器産業、事務機器産業などに用いられる各種の部品用材料として用する付着性にすぐれ

たダイヤモンド被覆焼合金として、多数提案されており、その内、基材の材質の方向から検討した代表例として、特開昭62-57802号公報、特開昭63-59269号公報がある。

(発明が解決しようとする問題)

特開昭63-59269号公報には、Co 1～4wt%と残り炭化タンクステンと不可避不純物からなる組成、並びに炭化タンクステンの平均粒径が2～10μmの粗粒組織を有する炭化タンクステン基超硬合金基材の表面に、エッティング層を介して低圧気相合成ダイヤモンド被膜を形成してなるダイヤモンド被覆焼合金の切削工具チップが明示されている。この同公報によるダイヤモンド被覆焼合金は、焼合金基材の表面を酸によりエッティングして、エッティング層を介在させた後、この表面にダイヤモンド被膜を形成させたもので、この鉄族金属の抜けたエッティング層の介在により、ダイヤモンド被膜の形成時に基材表面にグラファイトが発生するのを防止し、ダイヤモンド被膜の形成速度の低下及び被膜と基材との付着強度の低下と

いう問題を解消しようとしたものである。しかしながら、このエッティング層は、厚さが0.1～0.5 μm程度であることからダイヤモンド被膜形成時におけるグラファイトの発生を完全に防止することができます。逆にエッティング層の厚さが厚くなると、ダイヤモンド被膜焼結合金におけるエッティング層に鉄族金属の抜けた空孔が生じて、緻密な層でなくなり、その結果エッティング層の強度低下及びエッティング層とダイヤモンド被膜との付着性の低下をもたらすという問題がある。

特開昭62-51802号公報には、硬質炭素被膜と基材との間に厚さ0.1 μm以上のW,Cを主成分とするWとCの化合物層の中間層を存在させてなる硬質炭素被膜部品が開示されている。この同公報による発明は、超硬合金やセラミックスでなる基材の表面に化学蒸着法(CVD法)や物理蒸着法(PVD法)でもってW,Cを主成分とする化合物層の中間層を被覆すると、硬質炭素とW,Cの界面にはWCでなる拡散中間層が形成され、その結果付着強度の向上を達成できたというものであるが、

性浴液などの腐食により表面の鉄族金属を除去した基材に被膜を形成すると、基材と被膜との付着性の低下及び被膜の材質の低下になるのに対して、焼結過程もしくは焼結後の熱処理により基材の表面部の鉄族金属の濃度を基材の内部の鉄族金属の濃度に比べて減少させ、特に表面の鉄族金属を密に近づけた基材に被膜を形成すると基材と被膜との付着性が顕著に向上去るという知見を得たものである。

第2に、焼結合金の表面部の鉄族金属の濃度を内部の鉄族金属の濃度に比べて減少させる方法として、次のような知見を得たものである。

先ず第1図に示した単純WC-Co-C三元状態図の16wt%Coにおける断面図で説明する。WC-Co焼結合金を第1図の斜線部に示す結合相の固液共存温度域内の温度に加熱し、次いで例えばメタンガスなどの炭化水素ガスで没炭昇温気にすると、焼結合金の表面において脱炭が起こり、表面の炭素濃度は第1図の斜線部を拡大して示した第2図における結合相の固相線CDの方向から液相線AB

CVD法やPVD法でもって中間層を形成した後、別の反応容器で硬質炭素被膜を被覆するという工程の煩雑さがあること、中間層と硬質炭素被膜との界面への不純物の付着及びグラファイトの付着が生じやすいうことから中間層と硬質炭素被膜との密着性が劣るという問題がある。

本発明は、上述のような従来の問題点を解決したもので、具体的には、表面層に存在するNi及び／又はCoを主成分とする結合相を減少させた表面硬質の超硬合金又はサーメットの基材にダイヤモンド及び／又はダイヤモンド状カーボンの被膜を被覆してなる付着性にすぐれたダイヤモンド被膜焼結合金及びその製造方法の提供を目的とするものである。

(問題点を解決するための手段)

本発明者らは、超硬合金の基材の表面に気相合成法でもってダイヤモンドの被膜を形成する場合における、基材の表面部の状態と被膜の形成条件とに注目して検討していた所。

第1に、表面に鉄族金属の存在した基材又は酸

の方向へ、矢印Eで示すように増加し、その結果焼結合金の表面に液相が生じ、この液相が固相状態の焼結合金の内部の粒界内へ流動して、焼結合金の表面部の結合相の濃度が減少する。

第3に、基材の表面に被膜を形成する場合、被膜形成前に酸素ガスを微量流入させると、基材の表面部は脱炭及び鉄族金属の除去が生じ、その後、引続いて被膜形成処理を行うと基材と被膜との間に炭化物の中間層が形成されて、付着性が顕著に向上去るという知見を得たものである。これら第1～第3の知見に基づいて、本発明を完成するに至ったものである。

すなわち、本発明の付着性にすぐれたダイヤモンド被膜焼結合金は、周期律表4a, 5a, 6a族金属の炭化物、窒化物、炭酸化物、窒酸化物及びこれらの相互固溶体の中の少なくとも1種の硬質相と、Ni及び／又はCoを主成分とする結合相とからなる焼結合金の基材の表面にダイヤモンド及び／又はダイヤモンド状カーボンの被膜を形成してなるダイヤモンド被膜焼結合金であって、該焼結合金の

表面から該焼結合金の内部に向って少なくとも1μmの表面層における該結合相の平均量が該焼結合金の内部における該結合相の平均量よりも減少していることを特徴とするものである。

本発明の付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼結合金における焼結合金の表面層は、焼結合金の表面から焼結合金の内部に向っての深さを示し、この深さが少なくとも1μm、好ましくは3～100μm、特に好ましくは10～50μmからなるものである。この表面層は、表面層中に存在する結合相の平均量が表面層を除いた焼結合金の内部における結合相の平均量よりも減少していればよいが、焼結合金の表面に存在する結合相を2wt%以下にすることが好ましく、特に焼結合金の表面の結合相が1wt%以下、好ましくは第3図に示したように焼結合金の表面で限りなく密に近づいた状態になり、その後焼結合金の内部の結合相に向って漸増し、内部の結合相の平均量に達することである。また、さらに好まし状態は、例えば第4図に示したように、焼結合金の表面における限りな

く密に近づいた状態の結合相の量が3～10μmまでの深さで絶え、その後焼結合金の内部に向って漸増し、内部の結合相の平均量に達する表面層である。

ここで述べている結合相の平均量とは、結合相の相対的平均濃度とみなすことができ、例えば表面層における結合相の平均量とは、表面層中の結合相の平均的濃度を示すものである。

以上、述べてきた焼結合金の内部に比べて結合相の減少してなる表面層に従来の気相合成法で被膜を形成させると、被膜の形成時の初期にダイヤモンドの核生成が促進され、被膜の材質が向上される。この被膜の材質の向上及び気相合成時の調節や被膜の形成の容易性から、表面層と被膜との間に、周期律表4a, 5a, 6a族金属又はこれらの化合物からなる中間層を介在させることも好ましいことである。この中間層がタンクステン及び/又は炭化タンクステンでなる場合は、特に上述の効果が高くなるので好ましく、さらに、炭化タンクステンを主成分とする焼結合金の基材の表面に後

述するような脱炭性熱処理とダイヤモンド気相合成法との併用でもって、炭化タンクステンを主体とする中間層を形成し、この中間層の表面に被膜を形成するとより一層好ましくなる。この中間層の厚さは、気相合成による被膜の形成初期に基材の内部の結合相が気放又は表面に浸透するのを阻止できる厚さであればよく、逆に厚くなりすぎると、中間層からの剥離が生じるので0.1～20μmの厚さ、好ましくは0.1～10μmの厚さである。

本発明の付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼結合金における被膜は、電気抵抗、光透過率、硬度などがダイヤモンドの性質又はダイヤモンドに近い性質を示すもので、具体的にはラマン分光分析した場合にダイヤモンドのラマン線であるといわれている1333cm⁻¹にピークを示すものである。さらに、詳述すると、この被膜はダイヤモンドのみからなる場合、もしくはダイヤモンドと他に非晶質カーボンやガラス状カーボンなどを含有している場合、あるいはダイヤモンドが含軸してなくとも従来からダイヤモンドに近い性質を示すもの

であるといわれているダイヤモンド状カーボンからなる場合がある。これらの内、炭化タンクステン基焼結合金の基材にTiC及び/又はWCの中間層、特に1μm以下の微細粒のWCを主体とした中間層を介在させて、その表面に形成した被膜の場合は、ラマン分光分析におけるダイヤモンドのラマン線である1333cm⁻¹にピークが明確に表われる性質のすぐれたものになる。この被膜の厚さは、用途及び形状により異なり、特に耐衝撃性よりも耐すきどり摩耗性を重視するような用途には、例えば3～10μm厚さが好ましく、切削工具材料の中でもフライス用切削工具のように耐衝撃性を重視する用途及びドリルやエンドミル又は耐摩耗工具材料の中のスリッター、切断刃、裁断刃などに鋭角な切刃を有する用途には、例えば0.5～3μm厚さと被膜を密くする構成にすることが好ましいことである。

本発明の付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼結合金は、従来の粉末冶金及び粉末の空気方法を組合せて基材を作製した後、その基材の表面に

従来のダイヤモンドの気相合成法でもって被膜を形成させることにより得ることができ、又中間層を介在させるとときには、PVD法やCVD法で形成させることができるのであるが、次の方法で行うと基材と被膜との付着性がよりすぐれることから好ましい方法である。

本発明の付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼結合金の製造方法は、周開特表4a, 5a, 6a該金屬の炭化物、窒化物、炭酸化物、窒酸化物及びこれらの相互固溶体の中の少なくとも1種の硬質相と、Ni及び/又はCoを主成分とする結合相とからなる焼結合金の基材の表面にダイヤモンド及び/又はダイヤモンド状カーボンの被膜を形成させる方法であって、該焼結合金は焼結後又は焼結の過程中に該結合相の固液共存温度域内の温度で該焼結合金の表面層を脱炭処理して、該焼結合金の表面から該焼結合金の内部に向って少なくとも1μmの表面層における該結合相の平均量が該焼結合金の内部における該結合相の平均量よりも減少させたものであることを特徴とする方法である。

相の組成成分及び含有炭素量により主として影響を受けるが、大体1200°Cを超えた温度から1400°C未溝の温度範囲内である。また、この結合相の固液共存温度域内の温度で脱炭処理する方法としては、例えばメタンガス、エタンガスなどの炭化水素ガスの含有した雰囲気中で処理することにより行うことができる。

以上のような方法で基材を作製した後、この基材をダイヤモンド気相合成用の反応容器内に設置して、従来の方法でもって基材の表面に被膜を形成することができる。また、上述のような方法で作製した基材の内、特に炭化タンクスチレンを主成分とする焼結合金の基材の場合には、基材をダイヤモンド気相合成用の反応容器内に設置し、この反応容器内を脱炭性雰囲気でもって昇温して基材の表面部を脱炭した後、気相合成法によるダイヤモンド被膜処理を行って、1度脱炭した表面部を炭化タンクスチレン又は炭化タンクスチレンを主成分とする中間層とし、引続いてダイヤモンド被膜処理を行って、中間層の表面に被膜を形成するとい

本発明の付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼結合金の製造方法において用いる焼結合金は、一度焼結した後、又は焼結の工程中、温度が一旦結合相の固液共存温度以下に下がった後再び結合相の域内の固液共存温度まで上昇させた状態で脱炭させる方法、もしくは焼結の工程中、結合相の固液共存温度の状態で脱炭させる方法により得ることができる。このとき、該焼結合金の表面層の深さ及び表面層中の結合相の濃度変化は、脱炭時間、脱炭の強弱の度合及び脱炭後の冷却速度を制御することにより行うことができ、例えば表面層を深くする場合又は表面層中の結合相を急速に減少させる場合には、脱炭時間を長く、脱炭の度合を強く、脱炭後の冷却速度を遅くする方法で制御することにより得ることができる。

本発明の付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼結合金の製造方法における結合相の固液共存温度とは、例えば単純WC-Co-C三元状態図の断面図として示した第1図の斜線部に相当する温度であり、具体的には、基材の硬質相の組成成分、結合

う方法は、被膜の材質がすぐれること及び被膜と中間層との付着性もすぐれることから、好ましい方法である。

(作用)

本発明の付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼結合金は、表面調質により形成した結合相濃度の減少した表面層を有する基材にダイヤモンド及び/又はダイヤモンド状カーボンの被膜が形成されていることから、表面層が被膜の付着性を高める作用をしている。また、表面層を有する基材と被膜との間に中間層が介在されている場合、特に炭化タンクスチレンを主成分とする基材に微細粒の炭化タンクスチレンの中間層が介在されている場合は、表面層と中間層との両方が被膜形成における結合相の気泡などを阻止する作用となり、その結果、被膜の材質の向上、及び被膜と中間層との付着性を一層向上するという作用をしているものである。

さらに、本発明の付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼結合金の製造方法は、基材の表面部の侵

炭処理が結合相濃度の減少した緻密な表面層を形成する作用をし、表面層中の結合相の濃度勾配の制御を容易にする作用をしているものである。

(実施例)

実施例1

4 wt% Co粉末と、残り平均粒径1.5 μmのWC粉末の混合粉末を従来の粉末冶金法でもって圧粉成形体とした後、真空中、1400°C、60分保持にて焼結し、次いで冷却時に、1350°C～1250°Cまでを CH₄ : H₂ = 1 : 20 vol % 比のガス組成、ガス圧10 torr中で1°C/minで徐冷しながら炭処理し、その後真空中で30°C/minの速度で急冷して、本発明品1に用いるための基材を得た。同じWC-4 wt% Co組成の圧粉成形体を、真空中、1400°C、60分保持にて焼結し、次いで冷却時に、1310°C～1250°Cまでを CH₄ : H₂ = 1 : 10 vol % 比のガス組成、ガス圧20 torr中で5°C/minで徐冷しながら炭処理し、その後真空中で冷却して、本発明品2に用いるための基材を得た。

また、6 wt% Co粉末と1 wt% TiC粉末と2 wt%

TaC粉末と平均粒径3 μmのWC粉末の混合粉末を、本発明品1用の基材と同様にして作製し、本発明品3に用いるための基材を得た。同じWC-1 wt% TiC-2 wt% TaC-6 wt% Co組成の圧粉成形体を本発明品2用の基材と同様にして作製し、本発明品4に用いるための基材を得た。

比較として、WC-4 wt% Co組成の圧粉成形体を、真空中、1400°C、60分保持にて焼結後、真空中で炉冷して、比較品1に用いる基材表面部を得た。この比較品1に用いる基材を硫酸溶液によりエッティングして、比較品2に用いる基材を得た。

さらに、WC-1 wt% TiC-2 wt% TaC-6 wt% Co組成の圧粉成形体を比較品1用の基材と同様にして、比較品3に用いる基材を得た。この比較品3用の基材の表面部を比較品2用の基材と同様にエッティング処理して、比較品4に用いる基材を得た。

こうして得た、それぞれの基材をダイヤモンド気相合成装置に設置し、98 vol % H₂-2 vol % CH₄のガス組成、90 torrのガス圧力、1050°Cの基

材温度、120分間の処理時間でもってプラズマ処理し、それぞれの基材の表面にダイヤモンドの被膜を形成させて、本発明品1～4及び比較品1～4を得た。

こうして得た本発明品1～4及び比較品1～4の基材の表面から基材内部におけるCo量及び表面層深さを、X線マイクロアナライザ(EPMA)及び走査型電子顕微鏡で調べて、その結果を第1表に示した。また、ダイヤモンド被膜の厚さも調べて、第2表に示した。さらに、下記(1)の条件で切削試験を行って、その結果を第2表に併記した。

(1) 切削試験条件

被削材：硬質カーボン

切削速度：325 mm/min

切込み量：1.0 mm

送り：0.056 mm/tooth

チップ形状：SPGN 120308

評価値：平均送り面摩耗量 (V_a)

試験番号	表面層の 深度 (μm)	基材表面から内層深さに におけるCo量 (wt%)	Co量 (wt%)			内層のCo 平均量 (wt%)
			3 μm	5 μm	10 μm	
本発明品1	30	0.3	0.3	0.4	0.5	4.0
本発明品1	50	0.3	0.4	0.5	0.6	4.0
本発明品1	35	0.4	0.5	0.6	0.7	6.0
本発明品1	60	0.5	0.6	0.7	0.8	6.0
比較品1	—	—	4.0	4.0	4.0	4.0
比較品1	0.5*	0.5*	6.0	6.0	6.0	6.0
比較品1	0.5*	0.5*	6.0	6.0	6.0	6.0
比較品1	0.5*	0.5*	6.0	6.0	6.0	6.0
比較品1	0.5*	0.5*	6.0	6.0	6.0	6.0
比較品1	0.5*	0.5*	6.0	6.0	6.0	6.0

エッティング層
＊

実施例2

実施例1で得た本発明品1用の基材をダイヤモンド気相合成装置に設置し、マイクロ波出力0.8kwのプラズマ中、98vol%H₂-2vol%D₂のガス組成、65torrのガス圧力、950℃の基材温度、45分間の脱炭処理した後、引続き実施例1で行ったと同様のダイヤモンド被覆処理をして本発明品5を得た。実施例1で得た本発明品2用の基材を上述の本発明品5と同様にして、本発明品6、を、本発明品3用の基材を用いて、本発明品7を、本発明品4用の基材を用いて、本発明品8を得た。

こうして得た本発明品5～8の基材の表面から基材内部におけるCo層及び表面粗さを、実施例1と同様に調べて、その結果を第3表に示した。この本発明品5～8の基材表面には微細粒のWCの中間層が形成されており、この中間層の厚さ、粒径及びダイヤモンド被覆厚さも調べて、第4表に示した。次に、本発明品5～8と実施例1で得た比較品1、2、4を用いて、下記(1)の条件で切

第2表

試験番号	ダイヤモンド被覆厚さ(μm)	(1) 切削試験結果			
		平均逃げ面摩耗量(mm)	表面状態	表面状態	表面状態
本発明品1	6.2	80分間切削後0.088	正常、更に切削可	正常、更に切削可	正常、更に切削可
本発明品2	6.0	80分間切削後0.104	正常、更に切削可	正常、更に切削可	正常、更に切削可
本発明品3	6.1	80分間切削後0.118	正常、更に切削可	正常、更に切削可	正常、更に切削可
本発明品4	6.1	80分間切削後0.137	微小剥離	微小剥離	微小剥離
比較品1	6.2	5分間切削後0.59	剥離及び欠損	剥離及び欠損	剥離及び欠損
比較品2	6.3	10分間切削後0.42	剥離及び欠損	剥離及び欠損	剥離及び欠損
比較品3	6.0	5分間切削後0.62	剥離及び欠損	剥離及び欠損	剥離及び欠損
比較品4	6.0	10分間切削後0.47	剥離及び欠損	剥離及び欠損	剥離及び欠損

削試験を行って、その結果を第4表に併記した。

(1) 切削試験条件

被削材： 18-18%Si合金

切削速度： 400 mm/min

切込み量： 0.5 mm

送り： 0.1 mm/rev

切削時間： 20 min

チップ形状： SPCM 120308

評価値： 平均逃げ面摩耗量(Vs)

以下余白

第3表

試験番号	表面粗さ(μm)	基材表面から内層深さにおけるCo層(wt%)					内層のCo平均濃度(wt%)	
		1 μm	3 μm	5 μm	10 μm	30 μm		
本発明品5	2.7	0.05	0.08	0.06	1.2	2.4	4.0	4.0
本発明品6	4.7	0.04	0.2	0.2	1.0	1.9	3.1	4.0
本発明品7	3.2	0.2	0.3	0.2	1.9	4.2	5.9	6.0
本発明品8	5.7	0.3	0.2	0.4	1.7	2.5	3.2	6.0

第4表

試料番号	(イ) 切削試験結果			被膜状態	
	中間層 ダイヤモンド 被膜厚さ (μm)	粗径 (μm)	平均進行面摩耗量 (mm)		
本発明品	5 6 7 8	0.3 0.3 0.3 0.3	6.3 6.2 6.3 6.1	0.065 0.072 0.086 0.099	正常, 正常に切削 正常, 正常に切削 正常, 正常に切削 正常, 正常に切削
比較品	1 2 4	— — —	6.2 6.3 6.0	6分間切削後0.49 12分間切削後0.35 6分間切削後0.42	粗粒及びチッピング 粗粒及びチッピング 粗粒及びチッピング

第3図、第4図中、a～bは基材の表面層を表わし、b～cは基材の内部を表わす。

特許出願人 東芝タンガロイ株式会社

(発明の効果)

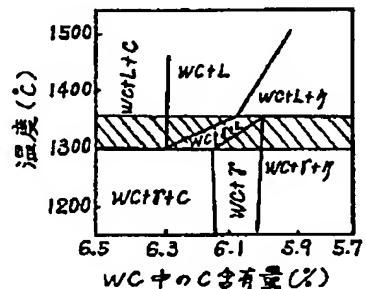
本発明の付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼結合金は、焼結合金の表面に直接ダイヤモンド被膜を形成してなる従来のダイヤモンド被覆焼結合金、又は焼結合金の表面をエッティングした後にダイヤモンドの被膜を形成してなる従来のダイヤモンド被覆焼結合金に比べて、被膜の付着性が著しくすぐれしており、被膜の剥離が生じ難く、被膜の材質もすぐれていることから切削工具部材として実用化できるという顯著な効果がある。

4. 図面の簡単な説明

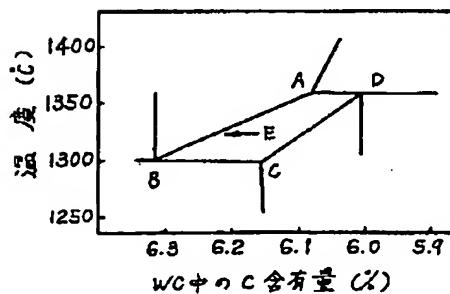
第1図は、WC-15wt%Co組成のカーボン(C)含有量と温度における液相相図を示す。第2図は、第1図における結合相の固液共存域内(WC+γ+L)の拡大図で、A-Bが結合相の液相線、C-Dが結合相の固相線を示す。

第3図、第4図は、本発明の付着性にすぐれたダイヤモンド被覆焼結合金における基材の表面層及び基材の内部の結合相の相対濃度分布の代表例を示す。

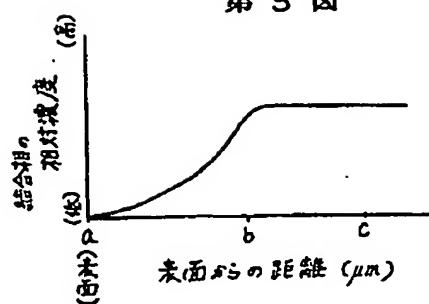
第1図



第2図



第3図



第4図

